

# 热处理对一种新型增材制造镍基高温合金显微组织与拉伸性能的影响

王冠<sup>1,2</sup>, 宋巍<sup>2</sup>, 梁静静<sup>2</sup>, 李金国<sup>2</sup>, 周亦霄<sup>2</sup>, 孙晓峰<sup>2</sup>, 姜庆伟<sup>1</sup>

(1. 昆明理工大学 材料科学与工程学院, 云南 昆明 650093)

(2. 中国科学院金属研究所 师昌绪先进材料创新中心, 辽宁 沈阳 110016)

**摘要:** 研究了不同热处理工艺对一种新型增材制造镍基高温合金 ZGH451 组织性能的影响。结果表明, 沉积态组织主要由外延生长的微柱晶组成, 枝晶间存在  $\gamma/\gamma'$  共晶组织, 合金中元素偏析造成了枝晶干与枝晶间  $\gamma'$  相尺寸差异, 分别为 100 和 250 nm。不同热处理工艺合金的组织 and 性能存在一定差异: 随着固溶温度由 1180 °C 升高到 1350 °C, 合金偏析程度逐渐减弱, 直至 1350 °C 发现初熔组织; 随着一级时效温度由 1050 °C 升高到 1150 °C,  $\gamma'$  相的尺寸逐渐增大, 形状由球状等不规则形状转变为立方状。综上, 优化出适用于该合金的热处理工艺 (HT2), 与沉积态合金相比, 完全热处理后合金的晶粒尺寸明显增大, 且消除了合金的偏析及  $\gamma/\gamma'$  共晶, 在 1000 °C 拉伸变形过程中  $\gamma/\gamma'$  界面形成致密的位错网, 抗拉强度和屈服强度分别为 520 MPa 和 269 MPa, 延伸率为 11%。

**关键词:** 镍基高温合金; 增材制造; 热处理; 拉伸变形

**中图分类号:** TG146.1<sup>+</sup>5

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2024)03-0787-09

高温合金是指以铁、钴、镍为基, 在 600 °C 以上高温且条件极端的环境下长期服役仍可以保持良好组织稳定性的一类材料。高温合金一般具有较高的强度、优异的抗蠕变与抗疲劳能力、良好的抗氧化、抗热腐蚀等性能, 目前已被广泛用于航空航天、石油化工等领域, 如航空发动机的涡轮叶片、导向叶片、涡轮盘、燃烧室, 飞机发动机组件的机翼、支撑结构等几乎都是用高温合金制成<sup>[1-2]</sup>。

随着高温合金构件的精密化、复杂化, 其制备工艺已经成为诸多领域的关键核心技术, 沿用传统工艺制备这些构件存在一定的限制。激光增材制造 (3D 打印) 技术是一种先进的快速成型技术, 该技术集设计与制造为一体, 突破传统制造工艺制备多孔、网格、空心等复杂结构件的技术瓶颈, 能够实现产品结构的复杂化、轻量化, 且具有成本低、周期短、应用领域广泛等优势<sup>[3-4]</sup>。

近年来, 激光增材制造镍基高温合金受到科研人员密切关注, 成型件显微组织致密细小, 力学性能优异, 已被广泛应用于航空航天等领域中一些热端部件的制备与修复<sup>[5-6]</sup>。然而, 增材制造技术虽然在高温合金中取得了一定进展, 但是想要广泛应用在高温合

金构件制备当中仍然面临着多方面的挑战, 成型过程中的组织与缺陷控制、成型后的后处理工艺等依然是研究重点。利用激光增材制造技术制备的沉积态镍基高温合金的组织为典型的柱状晶, 可以获得细密的枝晶组织, 有效降低凝固过程中的元素偏析, 但局部偏析仍然存在。因此通过热处理进行微观组织调控, 是减少合金缺陷、优化合金组织、提升合金性能的有效途径。

高温合金热处理工艺通常包括固溶处理和时效处理, 固溶处理一方面使得元素均匀化, 减少微观偏析; 另一方面是为了将分布不均匀的  $\gamma'$ 、 $\gamma/\gamma'$  共晶等析出相回溶到基体中。绝大部分高温合金以  $\gamma'$  相作为强化相, 强化程度取决于  $\gamma'$  相的形态, 而时效处理的作用正是调控  $\gamma'$  相的形状、尺寸及体积分数, 是影响合金性能的关键因素<sup>[7-8]</sup>。Wang 等<sup>[9]</sup>在 SLM 成形 Inconel718 合金组织与性能的研究中发现, 热处理后的合金力学性能显著提升。曾强等<sup>[10]</sup>在热处理工艺对一种镍基单晶高温合金组织及性能的影响研究中发现, 随固溶处理温度的升高, 消除了共晶组织以及枝晶干与枝晶间组织上的差异。Gai 等<sup>[11]</sup>在热处理对镍基高温合金组织性能的影响研究中发现, 固溶处理影响了  $\gamma'$  相的面积

收稿日期: 2023-03-04

基金项目: 航空发动机及燃气轮机基础科学中心项目 (P2022-C-IV-002-001); 国家科技重大专项 (Y2019-VII-0011-0151)

作者简介: 王冠, 男, 1994 年生, 硕士, 昆明理工大学材料科学与工程学院, 云南 昆明 650093, E-mail: wg.1118@qq.com

分数和  $\gamma$  基体的晶粒度。随着固溶温度的升高, 一次  $\gamma'$  相的面积分数逐渐减小, 由于一次  $\gamma'$  相对晶界钉扎效应较弱, 晶粒开始生长。任英磊等<sup>[12]</sup>在热处理对镍基单晶高温合金  $\gamma'$  相形貌演化的影响研究中发现, 一级时效温度对  $\gamma'$  相形貌、尺寸均有影响, 二级时效使  $\gamma'$  相立方面度进一步增加, 但对  $\gamma'$  相尺寸影响不大。

由于激光增材制造技术与传统制备工艺成型特点不同, 其组织上的差异决定了热处理工艺也会有所不同。如何通过设计合理的热处理工艺改善微观组织, 进而提升合金力学性能是本课题的研究重点。本研究将以一种新型增材制造镍基高温合金作为研究对象, 分析不同热处理工艺对该合金组织与性能的影响, 旨在为该合金热处理工艺的制定提供试验依据和参考。

## 1 实 验

实验材料选用中国科学院金属研究所自主研发的一种新型增材制造高温合金材料 ZGH451, 表 1 为 ZGH451 合金的化学成分。合金粉末采用氩气雾化的方法制备。用于增材制造的粉末粒度、分布及形貌如图 1 所示。粉末粒径通过 Bettersize2600 激光粒度分布仪(湿法)测得。粉末流动性好、球形度高, 高倍下可以清晰的观察到粉末表面上的纹路。增材制造样品由同轴送粉的激光熔化沉积(laser melting deposition, LMD)工艺制备, 具体工艺参数如表 2 所示。

将尺寸为  $\Phi 3\text{ mm} \times 2.5\text{ mm}$  的圆柱形样品从沉积态样品中切取, 表面打磨光亮后置入 SETSYS-18 综合热分析仪中, 采用快速加热方式, 将试样加热到  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  停留, 然后以  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升温速率加热至  $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 再以  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的降温速率冷却至  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 测得合金差热分析曲线。

依据差热分析结果, 在  $1180\sim 1350\text{ }^{\circ}\text{C}$  温度范围内对合金进行了  $30\text{ min}$  保温处理, 热处理后, 依据金相法分析合金的初熔温度与合金元素均匀化情况, 以此确定固溶温度。该热处理试验在硅-碳棒加热炉中进

表 1 ZGH451 合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of ZGH451 alloy ( $\omega/\%$ )						
Ta+Mo+W	Al+Ti	Cr	C	Co	B	Ni
15.5	5.5	8.0	0.01	8.0	0.015	Bal.

表 2 LMD 工艺参数

Table 2 Process parameters of LMD					
Laser power/ W	Scanning velocity/ $\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$	Spot diameter/ mm	Powder feed rate/ $\text{g} \cdot \text{min}^{-1}$	$\Delta Z/\text{mm}$	
1700	1500	0.9	11-12	2	

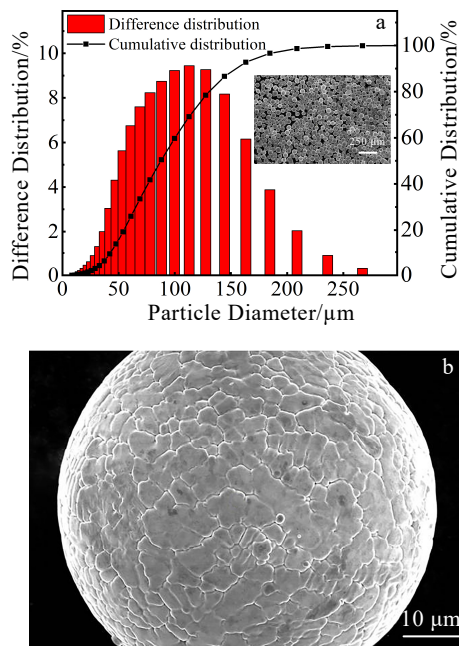


图 1 合金粉末尺寸与形貌

Fig.1 Size (a) and morphology (b) of alloy powder

行, 试验样品尺寸为  $8\text{ mm} \times 8\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ , 保温时间为  $30\text{ min}$ , 冷却方式为空冷。加热炉为 SX2-8-13 高温箱式电阻炉和 SX2-4-10 箱式电阻炉, 使用前通过配备 S 偶的测温仪进行测温以保证炉温的精确性。在固溶处理之前对试验样品进行  $950\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$  去应力退火, 在选定温度进行固溶处理后, 分别进行  $1080$ 、 $1120$ 、 $1150\text{ }^{\circ}\text{C}/4\text{ h}$  3 种高温时效处理和  $850\text{ }^{\circ}\text{C}/20\text{ h}$  低温时效处理, 冷却方式均为空冷, 具体工艺如表 3 所示。

利用 LAP-2MV 金相磨抛机对样品进行研磨、抛光。对精抛后的样品进行化学腐蚀, 腐蚀液为  $50\text{ g CuCl}_2 + 100\text{ mL HCl} + 100\text{ mL C}_2\text{H}_5\text{OH}$  和  $50\text{ g CuSO}_4 + 100\text{ mL HCl} + 100\text{ mL H}_2\text{O}$ , 腐蚀时间为  $12\sim 18\text{ s}$ 。通过 DM4M 金相显微镜(OM)、S-3400N 钨灯丝扫描电子显微镜(SEM)和 SU8010 场发射扫描电镜观察其显微组织, 并利用图像分析软件 Image-pro Plus 测量并计算  $\gamma'$  相的平均尺寸和体积分数。采用 E45.105 万能试验机测试试样的  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$  拉伸性能, 拉伸试样示意图如图 2 所示。通过 JEM-2100F 透射电子显微镜(TEM)观察拉伸变形过程中位错组态, 透射试样取自距断口  $5\text{ mm}$  处, 试样厚度为  $600\text{ }\mu\text{m}$ , 机械研磨至  $50\text{ }\mu\text{m}$ , 并通过双喷仪在  $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右的温度下对试样进行电化学抛光, 双喷液为  $10\% \text{ HClO}_4 + 90\% \text{ C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 。

## 2 结果与分析

### 2.1 沉积态合金组织

表3 样品的热处理工艺

Table 3 Heat treatment process of samples

No.	Annealing	Solution	First aging	Secondary aging
HT1			1050 °C /4 h, AC	
HT2			1080 °C /4 h, AC	
HT3	950 °C /2 h, AC	1280 °C /2 h, AC	1100 °C /4 h, AC	850 °C /20 h, AC
HT4			1120 °C /4 h, AC	
HT5			1150 °C /4 h, AC	

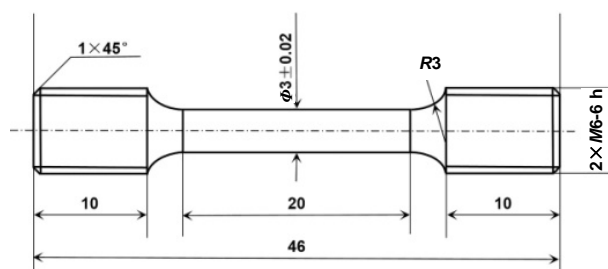


图2 拉伸样品尺寸

Fig.2 Size of tensile specimen

图3为沉积态合金横、纵截面的显微组织。在横截面上(图3a)清晰可见整齐的“十”字状枝晶组织,通过统计分析,一次枝晶间距大约在50~60 μm之间。一次枝晶间距 $\lambda_1$ 的计算公式<sup>[13]</sup>为:

$$\lambda_1 = \sqrt{A/N} \quad (1)$$

式中,  $A$  为区域面积,  $N$  为该区域中枝晶干数。枝晶间距越小代表合金组织越细密, 其中的元素偏析程度

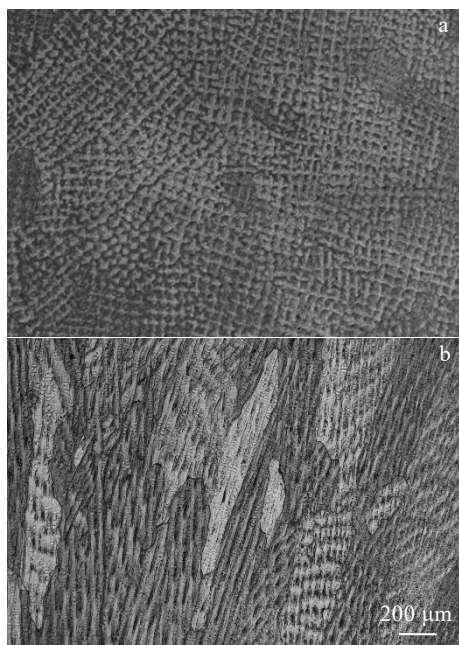


图3 沉积态合金 OM 显微组织

Fig.3 OM microstructures of the as-deposited alloy:

(a) horizontal section and (b) vertical section

越小, 故越容易通过热处理使组织均匀化。从图3b可以看出, 沉积态合金的组织为外延生长的柱枝晶。箭头方向为合金的沉积方向, 也是一次枝晶生长方向。

图4为沉积态合金形貌。可见, 沉积态合金中典型的枝晶干与枝晶间相互交替的枝晶特征, 以及弥散分布于 $\gamma$ 基体的方形和蝶形 $\gamma'$ 析出相, 枝晶干和枝晶间 $\gamma'$ 相的尺寸差异较大。枝晶干处(dendritic region, DR) $\gamma'$ 相尺寸较为细小, 约为100 nm; 枝晶间处(interdendritic region, IR) $\gamma'$ 相尺寸相对较大, 约为250 nm。这是因为W、Mo、Cr等难熔元素富集在优先凝固的枝晶干区域, 而大量Al、Ti、Ta等 $\gamma'$ 相的主要形成元素富集在枝晶间, 导致枝晶间 $\gamma'$ 相尺寸增大<sup>[14]</sup>。从图4a、4b可以看出沉积态合金组织中除了弥散分布于基体的细小 $\gamma'$ 相外, 枝晶间区域还分布着大量的扇形 $\gamma/\gamma'$ 共晶, 共晶组织的存在严重降低了合金成分的均匀性, 且共晶含量越高说明合金的偏析程度越严重<sup>[15]</sup>。

## 2.2 固溶温度对ZGH451组织的影响

合金在增材制造快速熔凝过程中产生的残余应力会导致其在高温使用条件下或者热处理过程中变形开裂, 因此需要对合金进行去应力退火, 在去应力退火过程中, 合金内部通过原子扩散从而释放残余应力<sup>[16]</sup>。本工作通过增材制造制备的合金在固溶处理之前进行了950 °C /2 h去应力退火。

在固溶处理过程中, 固溶温度对合金组织与性能的影响最为显著<sup>[17]</sup>。一般而言, 合金的固溶温度由其初熔温度决定, 以差热分析为指导依据, 利用金相法观察合金的初熔组织从而确定的合金初熔温度, 最终确定合金的固溶温度。图5为ZGH451合金的DTA曲线, 很明显, 合金的固相线温度为1347 °C, 液相线温度为1390 °C,  $\gamma'$ 相的回溶温度为1161 °C。根据差热分析结果, 将样品在1180~1350 °C温度范围内选取了几种温度进行保温30 min的试验, 对不同保温温度下的样品进行微观组织的观察以确定合金的初熔情况。

图6为沉积态合金在不同温度下保温空冷后的金相组织。可以看到, 在1180 °C保温30 min后合金组织为树枝状结构(图6a), 一次枝晶和二次枝晶生长方向如图中黄色和红色箭头所示; 当温度升高到1270 °C后, 二次枝晶基本消失, 但枝晶结构依然存在(图6b); 如



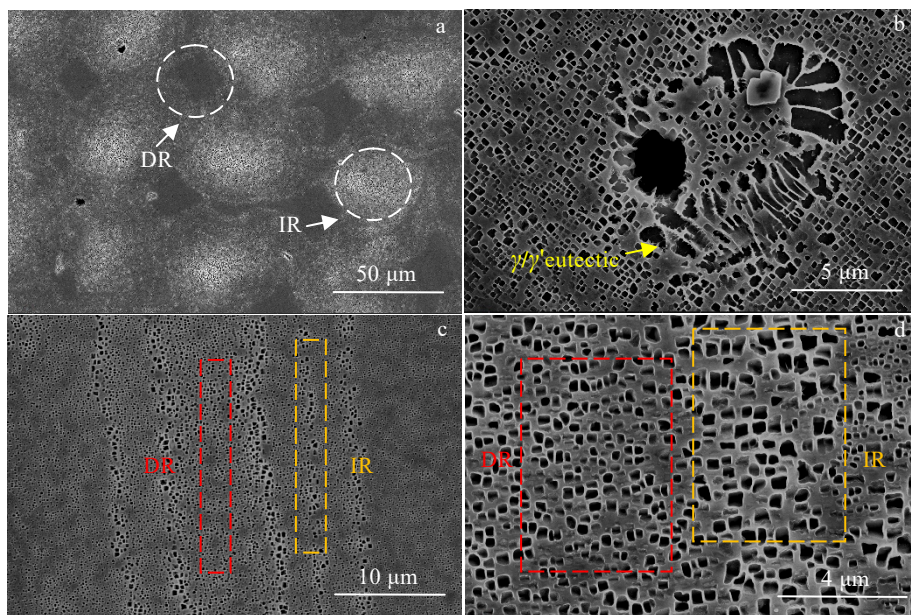


图 4 沉积态合金 SEM 形貌

Fig.4 SEM morphologies of as-deposited alloy: (a-b) horizontal section and (c-d) vertical section

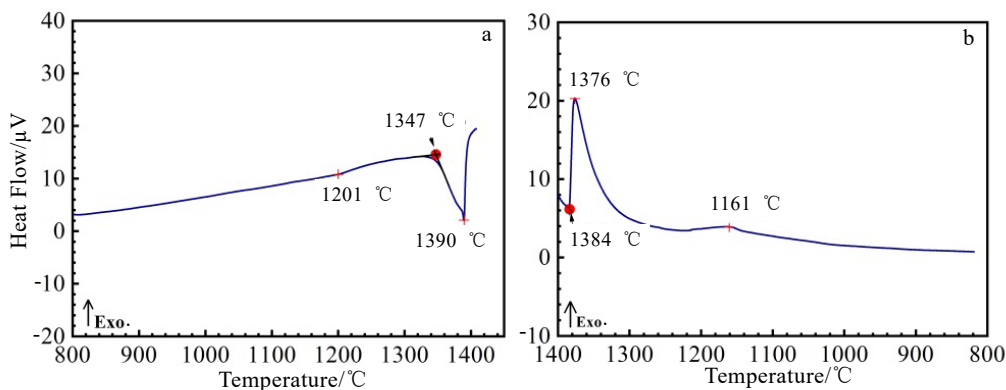


图 5 沉积态合金的差热分析曲线

Fig.5 DTA curves of as-deposited alloy: (a) heating curve and (b) cooling curve

图 6c~6e 所示, 随着固溶温度进一步升高至 1280 °C 及以上时, 合金内部枝晶组织基本消失, 说明提高固溶温度可有效降低合金内部元素偏析程度。如图 7a 所示, 在 1340 °C 保温 30 min 后合金未发生初熔, 当温度升高到 1350 °C 时观察到初熔组织 (图 7b), 推断出该合金的初熔温度在 1340~1350 °C 之间。但是, 由于增材制造高温合金的组织非常细小, 因此不需要制定过高的固溶温度便可以使合金内部元素均匀扩散; 此外, 由图 6c~6e 可以观察到, 随着固溶温度升高到 1280 °C, 组织中出现固溶孔洞<sup>[18]</sup>, 且数量随着固溶温度的升高而增多。提高固溶温度, 一方面, 元素扩散更为充分, 有利于组织均匀性以及合金的力学性能; 另一方面, 缺陷数量增多, 不利于合金的力学性能。因此, 综合考虑上

述两方面对合金力学性能的影响, 该增材制造高温合金固溶温度的确定不需要像传统铸造高温合金那样, 将固溶温度制定在低于初熔点 10 °C 左右。本试验将以 1280 °C/2 h 作为该合金的固溶处理制度来分析时效温度的变化对合金组织性能的影响。

### 2.3 时效温度对 ZGH451 合金组织的影响

$\gamma'$  相作为高温合金中主要的强化相, 其形态对高温合金力学性能的影响显著<sup>[19]</sup>。图 8a~8e 显示了不同热处理态合金中  $\gamma'$  相的尺寸统计结果及微观形貌。可以看出, 随着一级时效温度由 1050 °C 增加到 1150 °C,  $\gamma'$  相尺寸由 0.3 μm 增大到 0.5 μm, 这是因为合金在高温时效的过程中,  $\gamma'$  相的形貌演化主要受界面能及弹性应变能控制, 在低温时效时,  $\gamma/\gamma'$  两相晶格错配较小,



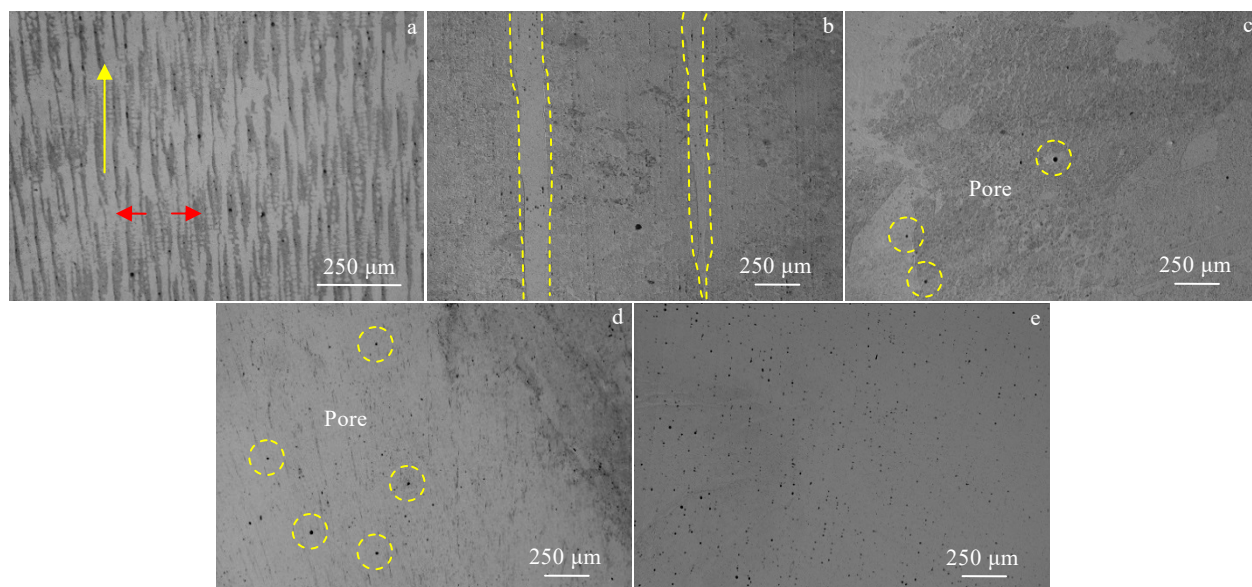


图6 沉积态合金在不同温度保温 30 min 后的 OM 照片

Fig.6 OM images of as-deposited alloy held at 1180 °C (a), 1270 °C (b), 1280 °C (c), 1290 °C (d), and 1320 °C (e) for 30 min

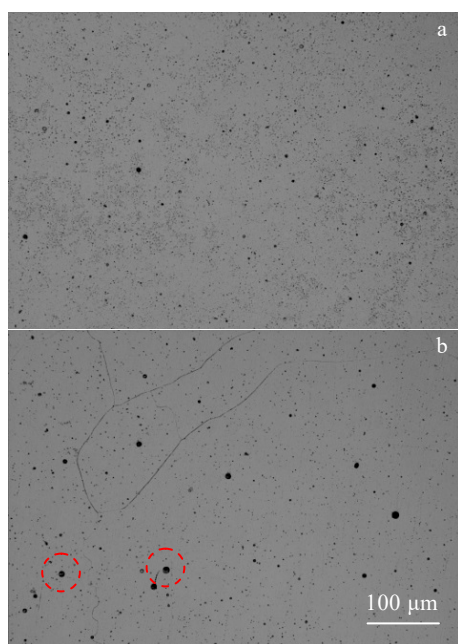


图7 沉积态合金在不同温度下保温 30 min 后的初熔组织

Fig.7 Incipient melting morphologies of as-deposited alloy held at 1340 °C (a) and 1350 °C (b) for 30 min

界面能占主导地位,此时 $\gamma'$ 相的形状为球状;随着时效温度的升高,热激活能变大, $\gamma'$ 相形成元素扩散加剧, $\gamma'$ 相发生相互吞并和长大的速度越快, $\gamma'$ 相将发生大颗粒粗化,小颗粒溶解的 Ostwald 熟化<sup>[20]</sup>。此外,随着 $\gamma'$ 相进一步粗化,控制 $\gamma'$ 相形貌的主要因素由界

面能变为弹性应变能,导致 $\gamma'$ 相的形貌由球状向立方状转变<sup>[21]</sup>。由图 8b 可以看到,当时效温度升高到 1080 °C 时,基体通道内开始析出二次 $\gamma'$ 相,且体积分数和尺寸随着时效温度的升高而增大。 $\gamma'$ 相形成元素在高温时效的过程中溶解于基体通道内,在快速冷却阶段来不及依附到一次 $\gamma'$ 相上而在原位形核<sup>[22]</sup>,从而析出细小的二次 $\gamma'$ 相。

## 2.4 热处理态 ZGH451 合金组织

综上,通过对合金组织的优化,设计出了适用于 ZGH451 合金的热处理工艺:950 °C/2 h/空冷+1280 °C/2 h/空冷+1120 °C/4 h/空冷+850 °C/20 h/空冷。从图 9 可以看出,经完全热处理后,元素得到充分扩散,未观察到 $\gamma/\gamma'$ 共晶组织及 tcp 相。图 10 为合金的 EBSD 分析,结果表明,沉积态与热处理态合金的显微组织均为柱状晶,由于高温固溶处理使合金中发生回复和再结晶,热处理后合金的晶粒尺寸显著增大。

## 2.5 热处理对 ZGH451 合金高温拉伸性能的影响

为了更好的对比合金拉伸性能,挑选了 3 种组织差异较大的热处理工艺 (HT2、HT4、HT5) 合金进行 1000 °C 高温拉伸性能测试,测试结果如图 11 所示。可以看出,屈服强度在不同一级时效温度下变化不明显,分别为 286、269 和 261 MPa;而抗拉强度随着时效温度的升高呈现先增大后减小的趋势,分别为 330、520 和 300 MPa;延伸率为 11.0%、9.0%和 4.5%。HT2 合金的抗拉强度降低可归因于 $\gamma'$ 相的尺寸较低,

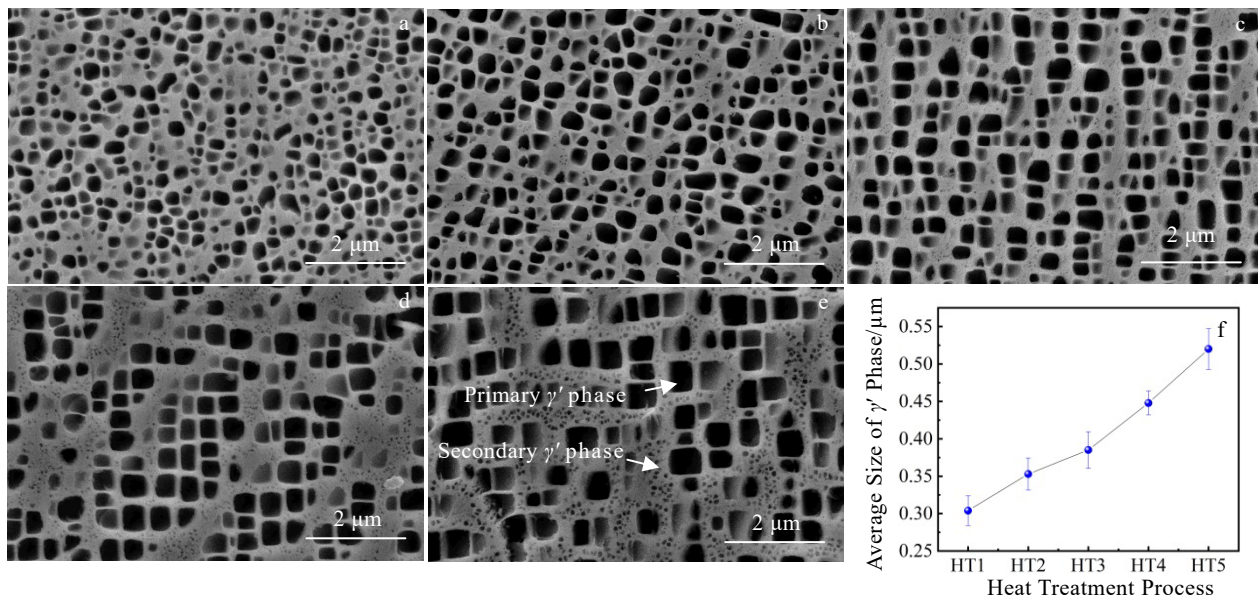
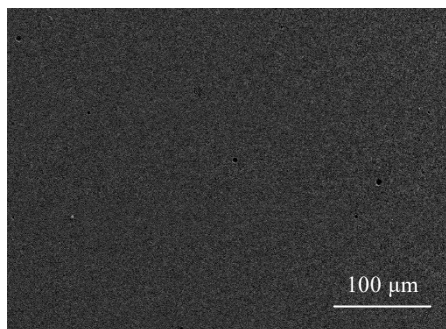
图 8 不同热处理态合金  $\gamma'$  相的形貌与尺寸Fig.8 Morphologies (a-e) and the average size (f) of  $\gamma'$  phase of alloy under different heat treatment processes: (a) HT1, (b) HT2, (c) HT3, (d) HT4, and (e) HT5

图 9 经完全热处理后合金的微观组织

Fig.9 Microstructure of alloy after complete heat treatment

且立方度较差,形状多为三角形和球形。对比 HT4 和 HT5 合金的组织与性能可以发现,2 种工艺下  $\gamma'$  相的立方度相近,当一级时效温度由 1120  $^{\circ}\text{C}$  升高到 1150  $^{\circ}\text{C}$  时, $\gamma'$  相的尺寸由 0.4  $\mu\text{m}$  增加到 0.5  $\mu\text{m}$ ,同时基体通道内析出大量的二次  $\gamma'$  相,一次  $\gamma'$  相的体积分数由 46.4%减小到 36.4%,其统计结果如图 12 所示,导致合金的抗拉强度下降了 42%。可见, $\gamma'$  相作为 ZGH451 合金主要的强化相,其形态是决定高温性能的重要因素,不同的一级时效温度通过改变  $\gamma'$  相的形状、尺寸和体积分数,进而影响合金的高温拉伸性能。

## 2.6 热处理对 ZGH451 合金高温拉伸行为的影响

不同热处理态合金 1000  $^{\circ}\text{C}$  拉伸断口形貌如图 13 所示。可以看到,在高温拉伸条件下,HT2 和 HT5 合金的断口表面光滑,断裂方式均为解理断裂,在 HT2

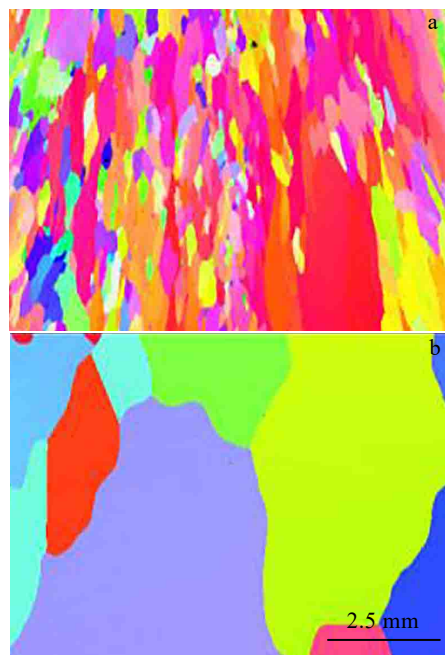


图 10 沉积态与热处理态合金的 EBSD 照片

Fig.10 EBSD images of as-deposited (a) and heat treated (b) alloys

合金断口边缘处还可以观察到解理台阶和少量韧窝(如图 13a)。而 HT4 合金断口呈现出解理断裂和微孔聚集型断裂特征,可以观察到大量较浅的韧窝(如图 13b),大量的韧窝使合金抗拉强度达到 520 MPa 和屈服强度达到 269 MPa 的同时,延伸率达到了 11%。



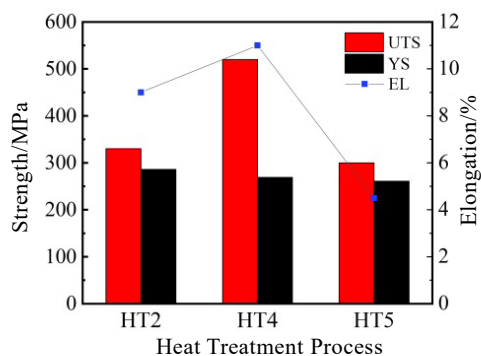


图 11 不同热处理工艺合金的高温拉伸性能

Fig.11 High temperature tensile properties of alloy under different heat treatment processes

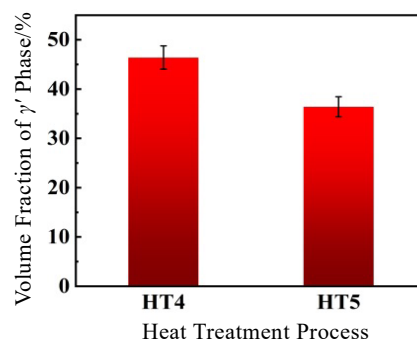


图 12 不同热处理工艺合金的 γ' 相体积分数

Fig.12 Volume fraction of γ' phase of alloy under different heat treatment processes

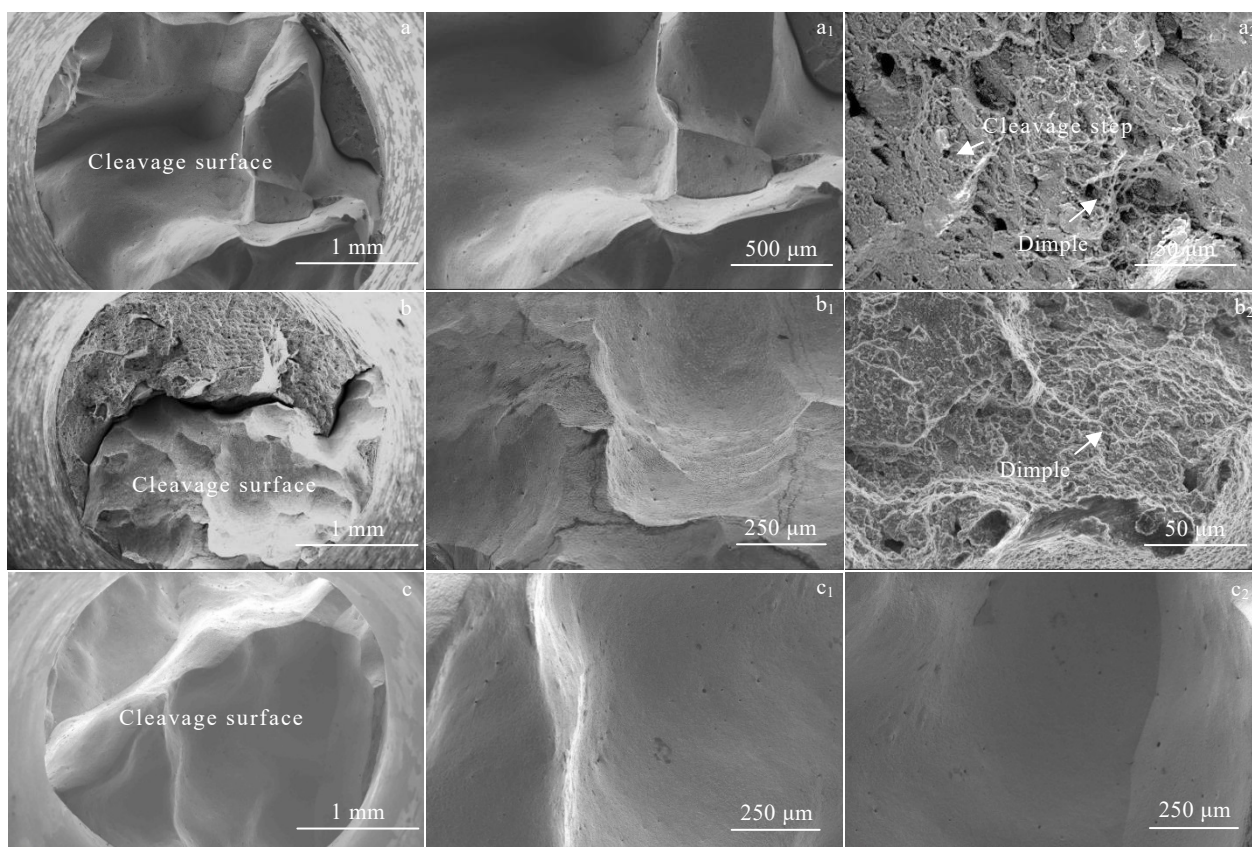


图 13 不同热处理态合金 1000 °C 拉伸断口形貌

Fig.13 Tensile fracture morphologies at 1000 °C of the alloy under different heat treatment processes: (a, a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub>) HT2, (b, b<sub>1</sub>, b<sub>2</sub>) HT4, and (c, c<sub>1</sub>, c<sub>2</sub>) HT5

图 14 为不同热处理态合金 1000 °C 拉伸变形后的显微组织。很明显,在较高温度的屈服变形主要是通过位错绕过 γ' 相的运动方式发生的,只有少量位错切入 γ' 相。如图 14 所示,合金在高温拉伸变形过程中形成位错网,位错网可以有效阻碍位错运动,抑制变形过程中位错切入 γ' 相。但是 3 种不同工艺合金部位错网形态

存在差异,而位错网致密程度的不同是导致合金高温拉伸性能差异的关键。如图 14a 所示,在 HT2 时效温度较低的情况下,由于位错绕过球状 γ' 相在两相界面处形成位错环,导致位错不易在两相界面处塞积;且球状 γ' 相与基体晶格畸变低,错配应力降低,界面位错密度降低,无法形成规则致密的位错网<sup>[23]</sup>。如图 14b 所示,



随着时效温度的升高,  $\gamma'$  相尺寸随着时效温度的升高而增大且形状变为立方状, 导致两相晶格错配增加,  $\gamma'$  相与基体产生较大的晶格畸变, 弹性应变能较高, 有利于在  $\gamma/\gamma'$  相界面处形成规则致密的位错网<sup>[24]</sup>。随着时效温度进一步升高,  $\gamma'$  相尺寸继续增大, 基体通道变宽且析出大量二次  $\gamma'$  相, 导致一次  $\gamma'$  相体积分数减小; 同时基体通道变宽, 位错运动阻力大大降低, 有利于位错在基体通道内运动而不易在两相界面处塞积<sup>[25]</sup>, 此时没有完整的位错网形成, 如图 14c 所示。因此, HT4 合金

形成的规则致密的位错网更有利于阻碍位错运动; 此外, 当位错想要从位错网络中分离出来时, 位错分离应力可用  $\tau$  来表示, 表达式为<sup>[26]</sup>:

$$\tau = \alpha G b / R \quad (2)$$

式中,  $\alpha$  为常数,  $G$  为剪切力,  $b$  为 Burgers 矢量,  $R$  为位错分离半径。经测量, HT2 合金的位错网间距约为 20 nm, 位错网络间距较小,  $R$  较小,  $\tau$  较大, 位错在位错网络中的运动更加困难, 位错网对位错的阻碍效果更好, 有助于合金高温拉伸性能的提升。

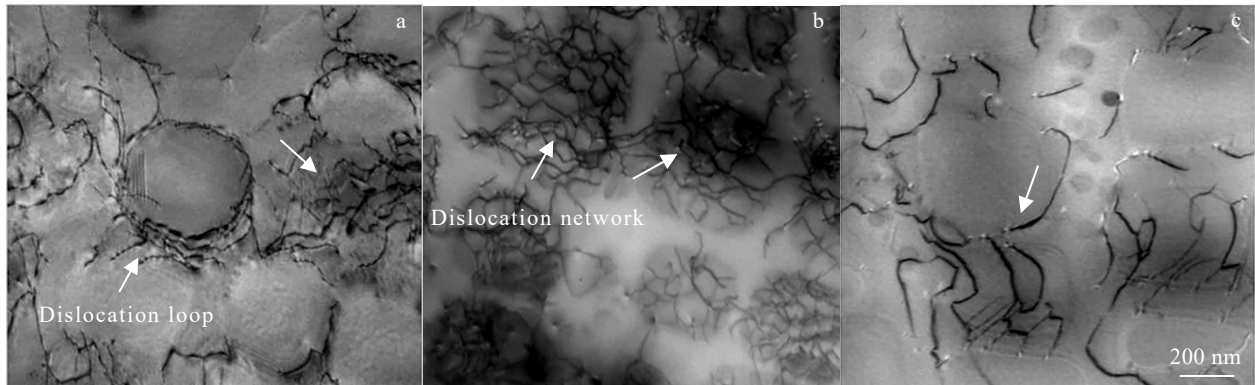


图 14 不同热处理态合金 1000 °C 拉伸断口 TEM 形貌

Fig.14 TEM morphologies of tensile fracture at 1000 °C of alloy under different heat treatment processes: (a) HT2, (b) HT4, and (c) HT5

### 3 结 论

1) 合金最佳的热处理工艺为 950 °C / 2 h / 空冷 + 1280 °C / 2 h / 空冷 + 1120 °C / 4 h / 空冷 + 850 °C / 20 h / 空冷。与沉积态合金相比, 经此热处理工艺使得合金内部元素充分扩散, 消除了  $\gamma/\gamma'$  共晶组织, 且获得了立方状、高体积分数以及较好尺寸的  $\gamma'$  相, 从而提高了合金高温拉伸性能。

2) 与传统制备工艺不同, 对于 LMD 制备的镍基高温合金而言, 不需要过高的固溶温度便可以使元素充分均匀化, 且固溶处理之前进行去应力退火是必要的环节, 以避免合金变形、开裂等对合金性能产生不利的因素。

3) 不同时效热处理工艺使得  $\gamma'$  相的形状、尺寸发生变化。随着时效温度的升高, 一次  $\gamma'$  相的尺寸逐渐增大, 形状由球状转变为立方状, 基体通道内的二次  $\gamma'$  相尺寸和体积分数逐渐增大。

4) 1000 °C 拉伸条件下位错的运动方式以绕过为主, 不同热处理态合金在高温变形过程中形成的位错网形态不同, 位错网致密度越高, 阻碍位错效果越好, 合金性能越高。

### 参考文献 References

- [1] Sun Xiaofeng(孙晓峰), Song Wei(宋巍), Liang Jingjing(梁静静) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2021, 57(11): 1471
- [2] James C W, and Edgar A S J. *Acta Materialia*[J], 2003, 51: 5775
- [3] Liang Jingjing(梁静静), Yang Yanhong(杨彦红), Zhou Yizhou(周亦曹) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(12): 3753
- [4] Liu Z, Zhao D, Wang P et al. *Journal of Materials Science and Technology*[J], 2022, 100: 224
- [5] Gu Dongdong(顾冬冬), Zhang Hongmei(张红梅), Chen Hongyu(陈洪宇) et al. *Chinese Journal of Laser*(中国激光)[J], 2020, 47(5): 24
- [6] Yuan Zhanwei(袁战伟), Chang Fengchun(常逢春), Ma Rui(马瑞) et al. *Materials Reports*(材料导报)[J], 2022, 36(3): 200
- [7] Huang Qian Yao(黄乾尧), Li Hankang(李汉康). *The Superalloys*(高温合金)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2000: 4
- [8] Yang Jinxia(杨金侠), Li Jinguo(李金国), Wang Meng(王猛) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2012, 48(6):

- 654
- [9] Wang Z, Kai G, Ming G *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2012, 513: 518
- [10] Zeng Qiang(曾强), Chen Xuhui(陈旭辉), Wu Baoping(吴保平) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2022, 51(9): 3394
- [11] Gai Y, Zhang R, Yang J *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 842(11): 143079
- [12] Ren Yinglei(任英磊), Jin Tao(金涛), Guan Hengrong(管恒荣) *et al. Materials for Mechanical Engineering*(机械工程材料) [J], 2001, 25(4): 7
- [13] Ramsperger M, Singer R F, Korner C *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2016, 47: 1469
- [14] Zhao Xinbao(赵新宝), Yue Liang(岳亮), Xia Wanshun(夏万顺) *et al. Journal of Chinese Electron Microscopy Society*(电子显微学报)[J], 2020, 39(5): 462
- [15] Fuchs G E. *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 300(1-2): 52
- [16] Du Chang(杜畅), Zhang Jin(张津), Lian Yong(连勇) *et al. Surface Technology*(表面技术) [J], 2019, 48(1): 200
- [17] Yu J, Sun X, Zhao N *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 460: 420
- [18] Du Yunling(杜云玲). *Study of the Relationship between Microstructure-Properties Control and Heat Treatment of a Ni-based Single Crystal Superalloy*(镍基单晶高温合金热处理工艺与组织性能调控研究)[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2022
- [19] Osada T, Gu Y, Nagashima N *et al. Acta Materialia*[J], 2013, 61(5): 1820
- [20] He Peijian(何沛建), Zhong Xiaokang(钟晓康), Han Fusheng(韩福生). *Foundry Technology*(铸造技术) [J], 2021, 42(9): 816
- [21] Xia Pengcheng(夏鹏成), Yu Wenfang(禹文芳), Yu Jinjiang(于金江) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2007(12): 8
- [22] Liu Lirong(刘丽荣), Jin Tao(金涛), Zhao Nairen(赵乃仁) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(5): 711
- [23] Tan X P, Liu J L, Jin T *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(29): 8381
- [24] Zhao Yunsong(赵云松), Yang Zhao(杨昭), Chen Ruizhi(陈瑞志) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2022, 50(9): 127
- [25] Song W, Wang X G, Li J G *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 802: 140430
- [26] Song W, Wang X G, Li J G *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 772: 138646

## Effect of Heat Treatment on Microstructure and Tensile Properties of a New Type of Ni-based Superalloy Designed for Additive Manufacturing

Wang Guan<sup>1,2</sup>, Song Wei<sup>2</sup>, Liang Jingjing<sup>2</sup>, Li Jinguo<sup>2</sup>, Zhou Yizhou<sup>2</sup>, Sun Xiaofeng<sup>2</sup>, Jiang Qingwei<sup>1</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

(2. Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

**Abstract:** The effects of different heat treatment processes on the microstructure and properties of a new type of Ni-based superalloy ZGH451 were studied. The results show that the as-deposited microstructure is mainly composed of epitaxial micro-columnar grains, and there is  $\gamma/\gamma'$  eutectic exists among the interdendritic region. The segregation of element in the alloy results in the size difference of  $\gamma'$  phase between dendritic region and interdendritic region, which are 100 nm and 250 nm, respectively. The microstructure and properties of the alloy are different with varying heat treatment processes: as the solution temperature increases from 1180 °C to 1350 °C, the segregation degree of the alloy decreases gradually until the initial melting microstructure is found at 1350 °C. With the first aging temperature increasing from 1050 °C to 1150 °C, the size of  $\gamma'$  phase increases gradually, and its shape changes from spherical and other irregular shape to cube shape. In summary, the heat treatment process is optimized and the one suitable for the alloy (HT2) is obtained. Compared with the as-deposited alloy, the grain size of alloy is significantly increased after the complete heat treatment, and the segregation and  $\gamma/\gamma'$  eutectic of the alloy are eliminated. The denser dislocation network is formed at the  $\gamma/\gamma'$  interface during tensile deformation at 1000 °C. The tensile strength and yield strength are 520 MPa and 269 MPa, respectively, and the elongation is 11%.

**Key words:** Ni-based superalloy; additive manufacturing; heat treatment; tensile deformation

Corresponding author: Jiang Qingwei, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, P. R. China, E-mail: jqw6@163.com